

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Shigefumi SAKAI, et al.

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: HEREWITH

FOR: SKIN COSMETIC COMPOSITION

REQUEST FOR PRIORITY

ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS

WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2000-198543	June 30, 2000
Japan	2000-199401	June 30, 2000
Japan	2000-245708	August 14, 2000
Japan	2000-245709	August 14, 2000

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and  
(B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

Norman F. Oblon

Registration No. 21,124

Registration Number 21,124



22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 10/98)

31046 U.S. PTO  
09/892577  
06/28/01

日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

J1046 U.S. PTO  
09/892577  
06/28/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2000年 6月30日

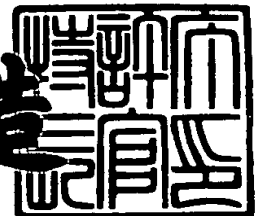
出 願 番 号  
Application Number: 特願2000-198543

出 願 人  
Applicant (s): 花王株式会社

2001年 4月13日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3030938

【書類名】 特許願

【整理番号】 KAP00-0632

【提出日】 平成12年 6月30日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 7/48

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

    【氏名】 坂井 繁文

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

    【氏名】 木場 淳介

【発明者】

    【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

    【氏名】 小玉 研二

【特許出願人】

    【識別番号】 000000918

    【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100095832

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 細田 芳徳

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 050739

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

    【包括委任状番号】 9909457

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 皮膚化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非架橋型ハイドロゲル中に油性成分を含有するハイドロゲル粒子（A）を水性媒体（B）中に分散させてなる皮膚化粧料。

【請求項 2】 ハイドロゲル粒子（A）中に更に乳化剤又は分散剤を含有させてなる請求項 1 記載の皮膚化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、べたつきがなく、さっぱりとした使用感を有しながら、十分な保湿効果を与えることができ、使用性に優れた皮膚化粧料に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

従来、皮膚の保湿・湿潤効果を目的として油性成分を含む、水性の化粧料としては、乳化型、可溶化型、二層型等の剤型が知られている。

【0 0 0 3】

しかし、乳化型の水性化粧料（乳液類）は、肌に油分を補うことができるが、電解質等の乳化安定性に影響を及ぼす成分を配合したときに乳化系が不安定となることがあり、その結果、保湿・湿潤効果に悪影響を及ぼすという欠点がある。

【0 0 0 4】

また、可溶化型の水性化粧料（化粧水類）は、ある程度肌に対する湿潤効果を付与することができるが、配合しうる油分量が比較的少なく、十分な湿潤効果を持続的に付与することができないという欠点がある。

【0 0 0 5】

一方、水相と油相が分離した二層型の水性化粧料は、湿潤効果及びその持続性に優れたものであるが、使用時に振盪することによって容易に均一な混和状態となり、静置すると均一な二層の分離状態に戻るようには、油相及び水相の各成分の選択及び配合比率の調整が困難であるという欠点がある。特に、油

相成分として液体油が多く用いられていることから、使用感が快適ではなく、使用時にムラ付きしたり、肌へのなじみが悪いという欠点がある。

## 【 0 0 0 6 】

このような背景のもと、可溶化型の水性化粧料（化粧水類）の特性を生かしつつ、保湿効果及びその持続効果を併せ持つ、カプセル含有化粧料が種々提案されている。

## 【 0 0 0 7 】

例えば、水中油型（以下、O/W型という）エマルションを内包したカプセルを含有する化粧料であって、カプセル膜がカプセル全量に対し0.1～1.0重量%のアルギン酸カルシウムから成る、エマルション内包カプセル含有化粧料（特開平2-117610号公報）、アルギン酸塩の少なくとも一部がバリウム塩を必須成分とする多価金属塩の形で存在しているアルギン酸バリウムカプセルが、pH調整されたカルボキシビニルポリマーの水溶液からなる外相中に存在しているカプセル入り化粧料（特開平11-29433号公報）、寒天を基剤とするソフトカプセル及び球状物を配合した水含有化粧品（特開平1-193216号公報）等が提案されている。

## 【 0 0 0 8 】

しかしながら、アルギン酸塩系カプセルは、水溶性アルギン酸塩と水溶性カルシウム塩とを反応させて水不溶性のアルギン酸カルシウムを生成させることによって製造されているため、内包成分に2価以上の金属イオンを含む界面活性剤や水溶性高分子、無機塩等を配合することが制限される。更に、アルギン酸塩系カプセルの安定性はpHに依存し、特定の酸性領域では安定であるものの、アルカリ性領域ではカプセルが溶解して壊れてしまう。また、カプセルの作製後に硬化反応に用いた多価金属イオンの洗浄が不十分であると、外相が耐塩性のない増粘剤を用いた水性媒体である場合、残存多価金属イオンによって減粘し、カプセルの分散状態が不均一となるため、性能上及び美観上好ましくない。従って、水性媒体が塩の影響を受けにくい多糖類等を用いた増粘系に限定されるため、べたつきがなく、さっぱりした使用感が得られにくいという欠点がある。

## 【 0 0 0 9 】

また、寒天を基剤とするソフトカプセルは、外殻を形成させるために、寒天を高濃度で配合する必要がある、皮膚に適用したときに寒天のカスが皮膚上に残留して違和感が生じるという欠点がある。

【 0 0 1 0 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、容器中では、液状媒体中に粒子が分散、浮遊して美観を呈し、しかも経時的に粒子が浮上したり、沈降したりすることがなく、保存安定性に優れており、皮膚に適用したときには皮膚上での伸びがよく、皮膚上に粒子のカスが残らず、配合成分の効果が好適に発揮される皮膚化粧料を提供することを課題とする。

【 0 0 1 1 】

【課題を解決するための手段】

即ち、本発明の要旨は、非架橋型ハイドロゲル中に油性成分を含有するハイドロゲル粒子（A）を水性媒体（B）中に分散させてなる皮膚化粧料に関する。

【 0 0 1 2 】

【発明の実施の形態】

本明細書にいう「非架橋型ハイドロゲル」とは、水を分散液体としてもつゲルであるが、ゲルの生成機構がカリウムイオンやカルシウムイオン等を介した架橋反応によるものではなく、熱可逆的なゾル-ゲル転移によるものをいう。このようなゲルを生成する物質としては、例えば、寒天、ゼラチン等が挙げられ、これらは単独で又は混合して用いることができる。

【 0 0 1 3 】

また、本明細書にいう「ハイドロゲル粒子」とは、かかるハイドロゲルよりなる略球状の粒子をいい、被膜部と内容物とからなるいわゆるカプセルは含まない。

【 0 0 1 4 】

非架橋ハイドロゲル粒子（A）は、上記のような非架橋型ハイドロゲルを形成するポリマーを水に溶解させたゾルに、通常の化粧料に使用される油性成分を含有させ、熱可逆的なゾル-ゲル転移により、球状に賦形した粒子である。

## 【 0 0 1 5 】

かかる油性成分は、保湿性を与えたり、皮膚を柔軟又は平滑にして感触を向上させることによるスキンケア効果を目的として配合され、揮発性又は不揮発性の種々のものが使用される。

## 【 0 0 1 6 】

例えば、炭化水素油、エステル油、植物油等の液状油；固形パラフィン、ワセリン、セラミド及びその類似体、例えば、タイプⅠ～タイプⅥの天然セラミド、 $N-(2\text{-ヒドロキシ}-3\text{-ヘキサデシロキシプロピル})-N-2\text{-ヒドロキシエチルヘキサデカナミド}$ 、 $N-(2\text{-ヒドロキシ}-3\text{-ヘキサデシロキシプロピル})-N-2\text{-ヒドロキシエチルデカナミド}$ 等のセラミド類似脂肪族アミド誘導体、高級アルコール、グリセライド、エチレングリコールジ脂肪酸エステル（脂肪酸の炭素数は12～36）、ジアルキルエーテル（総炭素数は12～36）等の固形から半固形の油剤；液状、半固体、固体のシリコーン類を挙げることができる。シリコーン類としては、例えば、メチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン等のシリコーン油、高重合メチルポリシロキサン、シリコーン樹脂、シリコーンゴム、シリコーンビーズ、アミノ変性シリコーン、アルキル変性シリコーン等が挙げられる。

## 【 0 0 1 7 】

また、本粒子中には、必要に応じて、界面活性剤、ポリマー類、紫外線防御剤、香料、化粧品用着色剤等を適宜配合することができる。ポリマー類としては、例えば、アクリル系、スチレン系、エーテル系、エステル系、シリコーン系の高分子エマルジョン又はサスペンションが挙げられる。

## 【 0 0 1 8 】

化粧料用着色剤としては、水不溶性の顔料、油溶性染料、建築染料、レーキ染料等が挙げられる。顔料としては、例えば、カーボンプラック、タルク、カオリン、マイカ、雲母チタン、ベンガラ、オキシ塩化ビスマス、珪酸マグネシウム、酸化チタン、酸化鉄等の無機顔料、赤色202号、赤色204号、赤色205号、赤色206号、赤色219号、赤色228号、赤色404号、黄色205号、

黄色 4 0 1 号、だいたい色 4 0 1 号、青色 4 0 4 号等の有機顔料が挙げられる。  
 油溶性染料としては、例えば、赤色 5 0 5 号、赤色 5 0 1 号、赤色 2 2 5 号、黄色 4 0 4 号、黄色 4 0 5 号、黄色 2 0 4 号、だいたい色 4 0 3 号、青色 4 0 3 号、緑色 2 0 2 号、紫色 2 0 1 号等が挙げられる。建染染料としては、例えば、赤色 2 2 6 号、青色 2 0 4 号、青色 2 0 1 号等が挙げられる。レーキ染料としては、例えば、種々の酸性染料をアルミニウムやバリウムでレーキしたもの等が挙げられる。これらの着色剤は、単独で又は 2 種以上を混合して用いることができる。

## 【 0 0 1 9 】

ハイドロゲル粒子 (A) 中における油性成分の含有量は、使用時の感触及び保湿性等の効果を発揮させる観点から、1 0 ～ 6 0 重量%が好ましく、更に好ましくは 2 0 ～ 4 0 重量%である。

## 【 0 0 2 0 】

ハイドロゲル粒子 (A) の平均粒径は、容器中で粒子が浮遊、分散していることが視認できる点、並びに製造面の容易さ及び生産性の点から、0. 1 ～ 5 mm であることが好ましく、0. 5 ～ 3 mm がより好ましい。なお、ハイドロゲル粒子 (A) の平均粒径は、いわゆるフルイ法により、各種目開きのフルイを用いてハイドロゲル粒子をふるい分け、重量平均粒径を算出して求める。具体的には、目開き 3. 3 5 mm、2. 8 0 mm、2. 3 6 mm、2. 0 0 mm、1. 7 0 mm、1. 4 0 mm、1. 0 0 mm のフルイを重ねて、ハイドロゲル粒子 (A) 1 0 0 g をフルイ分けし、各フルイ上に残った粒子及び 1. 0 0 mm のフルイを通過した粒子の重量を測定し、フルイの目開き (mm) と各重量分率とから重量平均粒径を求める。

## 【 0 0 2 1 】

ハイドロゲル粒子 (A) において、これに含まれる水とハイドロゲルを構成するポリマーとの重量比 [水/ポリマー] は、ハイドロゲル粒子の製造時及び化粧料への配合時における攪拌、洗浄等の機械力で粒子が破壊されないこと、また使用時には感触がよく、適度な崩壊性を有することから、好ましくは 2 5 ～ 1 0 0 0、より好ましくは 5 0 ～ 5 0 0 である。

## 【 0 0 2 2 】



また、ハイドロゲル粒子（A）の形状は、特に限定されないが、美観及び製造の容易さの観点から、球状体であることが好ましい。

【 0 0 2 3 】

油性成分を含有するハイドロゲル粒子（A）は、例えば、以下のようにして調製することができる。

【 0 0 2 4 】

まず、寒天、ゼラチン等の非架橋型ハイドロゲルを形成する水溶性ポリマーをイオン交換水に分散させ、その溶解温度以上の温度で十分に攪拌、溶解させてゾルとした後、ゲル化温度以上の温度で、油性成分を混合し、O/W型分散液を調製する。

【 0 0 2 5 】

O/W型分散液を調製する際には、油性成分が乳化又は分散状態で安定に存在するように、乳化剤又は分散剤を含有させることが好ましい。

【 0 0 2 6 】

乳化剤や分散剤としては、高分子乳化分散剤、非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤及び両性界面活性剤からなる群より選ばれた1種以上が挙げられる。分散液中における乳化剤及び／又は分散剤の濃度は、通常、0.01～20重量%が好ましく、0.1～5重量%がより好ましい。

【 0 0 2 7 】

高分子乳化分散剤としては、例えば、アクリル酸・メタクリル酸アルキル共重合体（B.F.Goodrich 社製、商品名：ペムレン等）、特開平7-100356号公報に記載の両性高分子化合物と高級脂肪酸とから合成される複合体、特開平8-252447号公報及び特開平9-141079号公報に記載の水溶性両親媒性高分子電解質、特開平9-141080号公報及び特開平9-141081号公報に記載の水溶性架橋型両親媒性高分子電解質、特開平10-53625号公報に記載のアクリル酸系共重合体、ポリビニルピロリドン、ポリビニルアルコール及びその誘導体、ポリアクリルアミド、アルキルフェノールホルムアルデヒド縮合物の酸化エチレン付加物等の合成高分子化合物、グアヤガム、カラヤガム、トラガカントガム、アラビアガム、アラビノガラクトサン、カゼイン等の天然高分子

化合物等が挙げられる。

【 0 0 2 8 】

非イオン性界面活性剤、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤及び両性界面活性剤としては、通常化粧料に用いられるものを単独で又は 2 種以上を組合せて用いることができる。

【 0 0 2 9 】

次に、得られた分散液を滴下法を用いて粒子化し、空气中又は液相中で冷却固化させることにより、ハイドロゲル粒子 (A) を得ることができる。滴下法とは、1 以上のノズル又は孔から液体を吐出させ、液柱がその表面張力によって液滴となる性質を利用して粒子を製造する方法である。

【 0 0 3 0 】

液相で液滴を形成させる場合には、液流れのない静液中で形成させてもよいが、液滴形成管を用いて下降流、上昇流又は平行流に同伴させて形成させるのが好ましい。また、ノズル又は孔の端面は、気相及び液相のいずれに存在していてもよいが、液相であることが形状安定性の観点から好ましい。

【 0 0 3 1 】

ノズル又は孔から吐出される分散液の温度は、通常、30～100℃、好ましくは 50～100℃である。ノズル又は孔から吐出させる際の分散液の粘度 (B 型粘度計により測定) は、通常、0.1～1000 mPa・s、好ましくは 1～800 mPa・s であることが望ましい。

【 0 0 3 2 】

本発明の皮膚化粧料においては、ハイドロゲル粒子 (A) を化粧料基剤としての水性媒体 (B) 中に分散させる。

【 0 0 3 3 】

皮膚化粧料におけるハイドロゲル粒子 (A) の含有量は、外観及び性能の観点から、1～40 重量%、好ましくは 5～30 重量%であることが望ましい。

【 0 0 3 4 】

ここに、水性媒体 (B) は、ハイドロゲル粒子 (A) を下部に沈降させたり、あるいは上部に浮上させることなく、安定に均一分散させることができるもので

あれば特に限定がない。その例としては、透明又は半透明の水溶液、O/Wエマルジョン又はジェル等のいずれの形態をも用いることができ、ハイドロゲル粒子(A)を分散させた本発明の皮膚化粧料は、化粧水、乳液、クリーム、ジェル化粧料等の剤型で設計することができる。

#### 【0035】

水性媒体(B)に所望の液性を付与するために、水溶性増粘剤を含有させることができる。水溶性増粘剤としては、例えば、水溶性高分子化合物や粘土鉱物等を用いることができる。その使用量は、水性媒体の粘度(B型粘度計、25℃)が皮膚化粧料として適度な粘度、例えば、300～5000 mPa・sとなるように選ばばよい。

#### 【0036】

水溶性高分子化合物としては、例えば、アラビアゴム、トラガcantガム、ガラクトン、キャロブガム、グァーガム、カラヤガム、カラギーナン、ペクチン、寒天、クインスシード(マルメロ)、デンプン(コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ)、アルゲコロイド(褐藻エキス)等の植物系高分子化合物；デキストラン、サクシノグルカン、プルラン等の微生物系高分子化合物；コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子化合物；カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロピルデンプン等の変性デンプン類；メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム等の変性セルロース類；アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸類；ポリビニルメチルエーテル、カルボキシメチルポリマー(BF Goodrich社製、商品名:CARBOPOL941等)等のビニル系高分子化合物、ポリオキシエチレン系高分子化合物、ポリオキシエチレン-ポリオキシプロピレン共重合体系高分子化合物、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子化合物、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー；ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラボナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機物；特開平11-71435号公報に記載のカチオン性架橋共重合体；特開平9-235301号

公報及び特開平10-25301号公報に記載の水溶性多糖類等が挙げられる。

【0037】

前記特開平11-71435号公報に記載のカチオン性架橋共重合体は、分子中にカチオン性基と架橋構造とを有する共重合体であって、例えば、カチオン性基含有ビニル単量体〔以下、単量体 ( $a_1$ ) という〕の少なくとも1種と、アミド基含有ビニル単量体〔以下、単量体 ( $a_2$ ) という〕の少なくとも1種と、2個以上のビニル基を分子中に有する架橋性ビニル単量体〔以下、単量体 ( $a_3$ ) という〕の少なくとも1種を必須構成単量体として共重合させてなるカチオン性架橋共重合体〔以下、共重合体 (A) という〕が挙げられ、本発明に用いられる水性媒体 (B) に好適なチクソトロピー性を与える。

【0038】

単量体 ( $a_1$ ) の好ましい具体例としては、ジメチルアミノエチル (メタ) アクリレート、ジエチルアミノエチル (メタ) アクリレート、ジメチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド、ジエチルアミノプロピル (メタ) アクリルアミド等のアミノ基を有する単量体の酸中和物又は4級化剤で4級化した4級アンモニウム塩、あるいはジメチルジアルルアンモニウムクロライド等が挙げられる。

【0039】

単量体 ( $a_2$ ) の好ましい具体例としては、N-メチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジメチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジエチル (メタ) アクリルアミド、N-n-プロピル (メタ) アクリルアミド、N-t-ブチル (メタ) アクリルアミド、N- (メタ) アクリロイルモルホリン、N-ビニルピペリドン、N-ビニルピロリドン等が挙げられる。これらのうち、N, N-ジ置換 (メタ) アクリルアミドを用いた場合に使用感が好ましく、更にはN, N-ジメチル (メタ) アクリルアミド、N, N-ジエチル (メタ) アクリルアミド等が、特に好ましい。

【0040】

単量体 ( $a_3$ ) としては、多価アルコール又は不飽和アルコールの (メタ) アクリル酸エステル、ビス (メタ) アクリルアミド、ジビニル化合物、ポリアリル化合物等が挙げられる。これらのうち、エチレングリコールジ (メタ) アクリレ

ート、ポリエチレングリコールジ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトール  
テトラ（メタ）アクリレート、ペンタエリスリトールのアリルエーテル化体、ビ  
ニル（メタ）アクリレート、アリル（メタ）アクリレート等が、特に好ましい。

【0041】

カチオン性架橋共重合体としては、各単量体の好ましい例示のものを1種以上  
使用した共重合体が好ましいが、特にジメチルアミノエチル（メタ）アクリレー  
ト／N，N－ジメチル（メタ）アクリルアミド／ポリエチレングリコールジ（メ  
タ）アクリレートが水性媒体（B）のチクソトロピー性の点で好ましい。

【0042】

単量体（ $a_3$ ）の割合は、単量体全量に対して0.002～5モル％が好まし  
く、特に0.002～3モル％、更に0.002～1モル％が特に好ましい。単  
量体（ $a_3$ ）の割合が上記範囲内にあれば、共重合体（A）を含有する水性媒体  
（B）の粘度が好適で、感触が柔らかく、のびのよいものとなる。

【0043】

なお、水性媒体（B）のpHは、皮膚に対する刺激が少ないことから、4～1  
1、特に4～6であることが好ましい。

【0044】

水性媒体（B）に、粒子を分散浮遊させる方法としては、粒子を下部に沈降さ  
せたり、あるいは上部に浮上させることなく、安定に均一分散させることができ  
るものであれば特に限定がない。その例としては、水性媒体（B）の調製後に、  
粒子の水性分散物を投入し、均一に分散するまで攪拌する方法等が挙げられる。

【0045】

水性媒体（B）中には、化粧品に通常用いられている成分、例えば、紫外線吸  
収剤、保湿剤、アルコール類、防腐剤、水溶性高分子、色素、香料、抗酸化剤等  
を適宜配合することができる。

【0046】

【実施例】

製造例1〔ハイドロゲル粒子1の製造〕

（成分）

（重量％）

- |  |      |
|--|------|
| (1) N-(2-ヒドロキシ-3-ヘキサデシロキシプロピル)<br>-N-2-ヒドロキシエチルヘキサデカナミド        | 10.0 |
| (2) ジペンタエリトリット脂肪酸エステル<br>(日清製油(株)製、商品名: コスモール168AR)            | 2.5  |
| (3) ジイソステアリン酸ポリグリセリル<br>(日清製油(株)製、商品名: コスモール42)                | 5.0  |
| (4) メチルポリシロキサン ( $10\text{ mm}^2/\text{s}$ )                   | 5.0  |
| (5) ポリオキシエチレンラウリルエーテルリン酸ナトリウム                                  | 0.05 |
| (6) アクリル酸・メタクリル酸アルキルエステル共重合体<br>(B.F.Goodrich社製、商品名: ペムレンTR-1) | 0.01 |
| (7) パラオキシ安息香酸メチル   | 0.3  |
| (8) 寒天<br>(伊那食品工業(株)製、商品名: UP-16)                              | 1.0  |

(9) 精製水 残量  
【0047】

(製法)

水相成分(5)～(9)を混合し、90℃に加熱して溶解させた。次に、この水相成分を80℃まで冷却し、同温度であらかじめ加熱溶解させておいた油相成分(1)～(4)の混合物を添加し、乳化させた。

【0048】

次に、得られた乳液を80℃に保ちながら、開口径1.5mmのノズルから10℃の冷却オイル〔メチルポリシロキサン ( $20\text{ mm}^2/\text{s}$ )〕中に吐出させ、ハイドロゲル粒子1を得た。得られたハイドロゲル粒子1(平均粒径2.0mm)を濾別し、水洗した後、水中に保存した。

【0049】

製造例2〔ハイドロゲル粒子2の製造〕

(成分) (重量%)

- |   |      |
|---|------|
| (1) N-(2-ヒドロキシ-3-ヘキサデシロキシプロピル)<br>-N-2-ヒドロキシエチルヘキサデカナミド | 10.0 |
|---|------|

(2) ジペンタエリトリット脂肪酸エステル	2.5
(日清製油(株)製、商品名:コスモール168AR)	
(3) ジイソステアリン酸ポリグリセリル	5.0
(日清製油(株)製、商品名:コスモール42)	
(4) メチルポリシロキサン ( $10\text{ mm}^2/\text{s}$ )	5.0
(5) ポリオキシエチレン라우リルエーテルリン酸ナトリウム	0.05
(6) アクリル酸・メタクリル酸アルキルエステル共重合体	0.01
(B.F.Goodrich社製、商品名:ペムレンTR-1)	
(7) パラオキシ安息香酸メチル	0.3
(8) アルギン酸ナトリウム	1.0
(9) 精製水	残量

【0050】

(製法)

水相成分(5)～(9)を混合し、90℃に加熱して溶解させた。次に、この水相成分を80℃まで冷却し、同温度であらかじめ加熱溶解させておいた油相成分(1)～(4)の混合物を添加し、乳化させた。

【0051】

次に、得られた乳液を開口径0.5mmのノズルから1%塩化カルシウム水溶液中に滴下し、ハイドロゲル粒子2を得た。得られたハイドロゲル粒子2(平均粒径2.0mm)を濾別し、水洗した後、水中に保存した。

【0052】

実施例1～3及び比較例1～6

表1に示す化粧料の構成成分のうち、ハイドロゲル粒子以外を均一に混合した後、得られた混合物にハイドロゲル粒子1又はハイドロゲル粒子2を添加し、混合して化粧料を得た。得られた化粧料を用いて、皮膚上でののびのよさ、皮膚上でのカスの残り、球形度、及び保存安定性について、下記の方法により評価した。その結果を表1に示す。

【0053】

(1) 保湿効果

20人のパネラーにより、各化粧品を皮膚に塗布したときの感触を以下の評価基準で官能評価してもらった。

【0054】

〔評価基準〕

- 5：しっとりする
- 4：ややしっとりする
- 3：ふつう
- 2：ややしっとりしない
- 1：しっとりしない

【0055】

次に、得点の平均点を求め、その平均点が4点以上であるときを○、2.5点以上4点未満であるときを△、2.5点未満であるときを×と評価した。

【0056】

(2) 皮膚上でののびのよさ

20人のパネラーにより、各化粧品を皮膚に塗布したときの感触を以下の評価基準で官能評価してもらった。

【0057】

〔評価基準〕

- 5：のばしやすい
- 4：ややのばしやすい
- 3：ふつう
- 2：ややのばしにくい
- 1：のばしにくい

【0058】

次に、得点の平均点を求め、その平均点が4点以上であるときを○、2.5点以上4点未満であるときを△、2.5点未満であるときを×と評価した。

【0059】

(3) 皮膚上でのカスの残り

20人のパネラーにより、各化粧品を皮膚に塗布したときの感触を以下の評価



基準で官能評価してもらった。

【 0 0 6 0 】

〔評価基準〕

- 5 : カスが残らない
- 4 : あまりカスが残らない
- 3 : ふつう
- 2 : ややカスが残る
- 1 : カスが残る

【 0 0 6 1 】

次に、得点の平均点を求め、その平均点が4点以上であるときを○、2.5点以上4点未満であるときを△、2.5点未満であるときを×と評価した。

【 0 0 6 2 】

(4) 球形度

各実施例又は各比較例で使用したハイドロゲル粒子を目視で観察し、以下の評価基準に基づいて球形度を評価した。

【 0 0 6 3 】

〔評価基準〕

- : 形状にばらつきを認めない
- △ : 形状にややばらつきを認める
- × : 形状にばらつきを認める

【 0 0 6 4 】

(5) 保存安定性

各実施例又は各比較例で得られた化粧料を5℃、室温又は50℃の雰囲気中でそれぞれ1カ月間保存した後、化粧料の状態を目視で観察し、以下の評価基準に基づいて保存安定性を評価した。

【 0 0 6 5 】

〔評価基準〕

- : 変化がなし
- △ : 外液水性媒体がくもっており、粒子がやや変形

× : 外液水性媒体が濁り、粒子が変形

・ 【 0 0 6 6 】

【表 1】

実施例番号	1	2	3	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
カルボキシビニルポリマー	0.20	-	-	0.20	-	-	0.20	-	-
キサンタンガム	-	0.20	-	-	0.20	-	-	0.20	-
共重合体 A	-	-	0.20	-	-	0.20	-	-	0.20
水酸化カリウム	0.10	-	-	0.10	-	-	0.10	-	-
コハク酸	-	-	0.04	-	-	0.04	-	-	0.04
リン酸一水素ナトリウム	-	-	0.10	-	-	0.10	-	-	0.10
パラオキシ安息香酸メチル	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
香料	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10
精製水	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量	残量
ハイドロゲル粒子 1	10.00	10.00	10.00	-	-	-	-	-	-
ハイドロゲル粒子 2	-	-	-	10.00	10.00	10.00	-	-	-
保湿効果	○	○	○	○	○	○	×	×	×
皮膚上でのびのびのよさ	○	○	○	△	△	△	○	○	○
皮膚上でのカスの残り	○	○	○	×	×	×	-	-	-
球形状	○	○	○	×	×	×	-	-	-
5℃	○	○	○	○	○	○	-	-	-
室温	○	○	○	△	○	○	-	-	-
50℃	○	○	○	×	○	○	-	-	-

化粧料の構成成分(重量部)

物 性

(注) コポリマー A : N, N-ジメチルアミノエチルメタクリル酸ジエチル硫酸塩・N, N-ジメチルアクリルアミド・ジメタクリル酸ポリエチレンゲリコール三元共重合体 (モル比=30:70:0.04)

表 1 に示された結果から、実施例 1 ～ 3 で得られた化粧料は、ハイドロゲル粒子 1 が使用されていることにより、保湿効果に優れ、皮膚上でののびがよく、皮膚上に粒子のカスの残りがなく、しかも保存安定性に優れたものであることがわかる。

【 0 0 6 8 】

【発明の効果】

本発明の皮膚化粧料は、容器中では、液状媒体中に粒子が分散、浮遊して美観を呈し、しかも保存性に優れており、皮膚に適用したときには皮膚上での伸びがよく、皮膚上に粒子のカスが残らず、配合成分の効果を好適に発揮するという効果を奏する。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

容器中では、液状媒体中に粒子が分散、浮遊して美観を呈し、しかも経時的に粒子が浮上したり、沈降したりすることがなく、保存安定性に優れており、皮膚に適用したときには皮膚上での伸びがよく、皮膚上に粒子のカスが残らず、配合成分の効果が好適に発揮される皮膚化粧料を提供すること。

【解決手段】

非架橋型ハイドロゲル中に油性成分を含有するハイドロゲル粒子（A）を水性媒体（B）中に分散させてなる皮膚化粧料。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日	1990年 8月24日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
氏 名	花王株式会社